

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ

ЗАТВЕРДЖУЮ



Директор,
чл.-кор. НАН України

Ігор ПРИТУЛА

16.09.2021р.

РОБОЧА ПРОГРАМА
навчальної дисципліни

**ФІЗИКО-ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСНОВИ ОТРИМАННЯ КЕРАМІЧНИХ
МАТЕРІАЛІВ**
132 Матеріалознавство

Затверджено Вченою радою Інституту монокристалів
Національної академії наук України
(від 16.09.2021 р. протокол №10)

Викладачі:

Явецький Роман Павлович, доктор технічних наук, старший дослідник, професор,
завідувач відділу Інституту монокристалів Національної академії наук України
Вовк Олена Олександрівна, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник,
старший науковий співробітник Інституту монокристалів Національної академії наук
України

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни “Фізико-технологічні основи отримання керамічних матеріалів” складена відповідно до освітньо-наукової програми підготовки доктора філософії спеціальності: 132 Матеріалознавство.

Пререквізити навчальної дисципліни: володіти концептуальними та методологічними знаннями в галузі технічних наук, знати основні поняття матеріалознавства, володіти знаннями про властивості керамічних матеріалів, що використовуються у науці та техніці; володіти методами отримання та дослідження керамічних матеріалів; вміти використовувати сучасні інформаційні джерела національного та міжнародного рівня для оцінки стану вивченості об’єкту досліджень і актуальності наукової проблеми; мати навички роботи з сучасним експериментальним та технологічним обладнанням при проведенні досліджень з матеріалознавства.

Постреквізити: в результаті вивчення дисципліни будуть отримані знання основ створення керамічних матеріалів (прозорих, лазерних, сцинтиляційних, конструкційних, наноструктурованих, композитних тощо); особливостей побудови керамічних та наноструктурованих матеріалів; залежності їх властивостей від умов отримання; сучасних методів дослідження властивостей керамічних матеріалів. Отриманні знання будуть використані при виконанні дослідження та захисті його результатів у вигляді дисертації на здобуття наукового ступеня доктора філософії.

1. Опис навчальної дисципліни

1.1. Мета викладання навчальної дисципліни

Знайомство аспірантів, що спеціалізуються галузі матеріалознавства з фундаментальними явищами, що лежать в основі технології отримання керамічних матеріалів.

1.2. Основні завдання вивчення дисципліни

Знайомство з основами теорії отримання керамік, структурними дефектами та властивостями керамік, фізико-хімічними та технологічними основами методів отримання керамік, залежності фізичних властивостей керамік від умов отримання, основними областями застосування керамік.

1.3. Кількість кредитів –12

1.4. Загальна кількість годин – 360

1.5. Характеристика навчальної дисципліни
Вибіркова
Денна форма навчання
Семестр
3-4
Лекції
80 год.
Практичні, семінарські заняття
40 год.
Самостійна робота
240 год.

1.6. Заплановані результати навчання

Згідно з вимогами освітньо-наукової програми аспіранти повинні досягти таких результатів навчання:

Розуміти фізичні принципи отримання прозорих керамік; знати технології спікання та залежність властивостей від методів отримання керамічних матеріалів, сучасні методи дослідження властивостей керамічних матеріалів; вміти синтезувати керамічні матеріали та визначати їх фізичні властивості.

2. Тематичний план навчальної дисципліни

Вступ.

В.1. Загальна характеристика та застосування прозорої кераміки. Фактори, що впливають на оптичну прозорість. Прозора кераміка на основі ізотропних та анізотропних матеріалів. Визначення рівней прозорості. В.2. Історія створення оптичної кераміки, аналіз стану і перспективи виробництва оптичних елементів з прозорої кераміки. Основні типи керамічних лазерних елементів.

Розділ 1. Основні етапи технології кераміки.

Тема 1. Методи отримання вихідних нанопорошків.

1.1. Особливості структури та властивості нанопорошків. Фізико-хімічні основи отримання нанопорошків та нанопорошкових композицій для оксидної оптичної кераміки. Метод хімічного співосадження для отримання нанопорошків (гомогенне, гетерогенне). Хімічне співосадження нанопорошків на прикладі оксиду ітрію. 1.2. Хімічні методи отримання нанопорошків (гліцин-нітратний метод, піроліз у полум'ї). 1.3. Методи отримання вихідних нанопорошків (дезінтеграція). Процеси дезінтеграції. Типи млинів. Вплив параметрів помелу на властивості порошоків. Дезінтеграція на прикладі оксидних сполук YAG та Y_2O_3 .

Тема 2. Методи компактування нанопорошків.

2.1. Одновісне пресування. Стадії/механізми компактування порошоків. Щільне пакування сфер. Грануляція частинок, прес-порошок. Пластифікатори. 2.2. Холодне ізостатичне пресування. Технологічне обладнання для пресування нанопорошків. Приклади формування оксидних порошоків методом ХІП. 2.3. Колоїдні методи формування. Загальні фізико-хімічні властивості колоїдних систем. Стабілізація суспензій. Типи колоїдного формоутворення (шлікерне литво, литво під тиском, литво стрічок).

Тема 3. Фізико-технологічні основи отримання прозорої кераміки.

3.1. Фізичні процеси, які відбуваються при спіканні. Дефекти та дифузія у кристалічних матеріалах. Етапи спікання – початковий, проміжний та фінальний. 3.2. Основні методи спікання (твердотільне, рідкофазне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, реакційне спікання). 3.3. Еволюція мікроструктури при спіканні. Ріст зерен, нормальний та аномальний. Принципи керування мікроструктурою кераміки. 3.4. Видалення залишкової пористості. Траєкторія спікання. Способи інтенсифікації дифузійних процесів при спіканні. Домішки, що активують процес спікання кераміки. 3.5. Вакуумне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, іскрове спікання. Технологічне обладнання для спікання кераміки.

Розділ 2. Фізико-хімічні основи твердофазного синтезу.

Тема 4. Кінетика твердофазних реакцій.

4.1. Твердофазні матеріали. Загальні принципи твердофазних реакцій та їх експериментальне здійснення. 4.2. Гомогенізація, сумісне осадження як прийом інтенсифікації твердофазних реакцій. 4.3. Особливості кінетики реакцій з участю твердих фаз. Методи вивчення кінетики твердофазних реакцій. Формальне рівняння кінетики та способи визначення його параметрів. Дифузні моделі. Кінетика твердофазних реакцій у полідисперсних системах. Моделі реакцій, що лімітуються процесами на границі розділу фаз. Модель зародкоутворення. Енергія активації твердофазних реакцій.

Тема 5. Механізми твердофазних реакцій.

5.1. Фізико-хімічні фактори, що визначають механізми твердофазних реакцій. Методи дослідження механізму твердофазних реакцій. 5.2. Дифузія в твердих тілах. Вплив дефектів нестехіометрії на швидкість та механізм твердофазної взаємодії. 5.3. Механізм твердофазних перетворень без зміни складу. Перетворення першого та другого роду. Монотропні та енантіотропні перетворення. 5.4. Термічні методи аналізу при проведенні твердофазних реакцій: диференціально-термічний, термогравиметричний, дилатометричний.

Розділ 3. Основні види прозорої кераміки: технологія отримання і властивості.

Тема 6. Прозора кераміка конструкційного призначення.

6.1. ІЧ-прозорі керамічні матеріали ($MgAl_2O_4$, ALON, Y_2O_3 , Y_2O_3-MgO). Вікна прозорості, теплова емісія, стійкість до екстремальних умов експлуатації. 6.2. Кристалічна структура, фізичні властивості та особливості технології виготовлення ІЧ-прозорої кераміки $MgAl_2O_4$. 6.3. Процеси виготовлення оптичної кераміки Y_2O_3 . Механізми спікання, домішки, що сприяють консолідації. Основні області практичного застосування – вікна технологічних апаратів, обтічники ракет з тепловим наведенням. 6.4. Особливості технології виготовлення нанопорошків та композитної кераміки Y_2O_3-MgO методами іскрового спікання та гарячого пресування.

Тема 7. Наноструктурована кераміка.

7.1. Наноструктуровані матеріали. Об'ємні наноструктуровані матеріали. Класифікація. Методи консолідації. 7.2. Фізико-механічні властивості нанокерамік. Вплив домішок на механічні властивості наноструктурованих керамік. 7.3. Оптично-прозора наноструктурована кераміка. Принципи формування та методи отримання. Фізичні властивості оптичної нанокераміки.

Тема 8. Фазові перетворення на границях зерен.

8.1. Зернограничні фази (комплексони) – визначення, властивості. Енергія границь зерен. 8.2. Діаграми комплексонів в оксидних системах. 8.3. Приклади комплексонів та комплексонних фазових переходів в практично-значущих кераміках на основі оксидних систем.

Тема 9. Лазерна кераміка.

9.1. Взаємодія електромагнітного випромінювання з речовиною. Активні лазерні іони, лазерні матриці. 9.2. Фактори, що впливають на оптичне пропускання прозорої кераміки. Основні типи оксидної лазерної кераміки (RE_2O_3 , $Y_3Al_5O_{12}$). 9.3. Лазерна кераміка $Y_3Al_5O_{12}$. Спікання нанопорошків $Y_3Al_5O_{12}$ у твердій фазі. Реакційне спікання кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. 9.4. Роль оксиду кремнію при отриманні лазерної кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. Інші домішки, що сприяють спіканню кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. 9.5. Спектроскопічні властивості кераміки $Y_3Al_5O_{12}$. Лазерні характеристики кераміки $Y_3Al_5O_{12}:Nd^{3+}$. Композитні лазерні елементи. Перспективи застосування оптичної кераміки.

Розділ 4. Методи дослідження властивостей прозорої кераміки.

Тема 10. Структурні дослідження оптичної кераміки.

10.1. Дослідження параметрів кристалічної структури методом рентгенівської дифракції. Тверді розчини заміщення. Правило Вегарда. 10.2. Дослідження мікроструктури кераміки методами електронної мікроскопії. Визначення середнього розміру зерен кераміки. Дослідження хімічного складу кераміки методами рентгенівського мікроаналізу. 10.3. Дослідження структурно-фазового стану кераміки на нанорівні методами просвічуваючої мікроскопії. Фізичні методи дослідження границь зерен. Фазові переходи на границях зерен.

Тема 11. Дослідження фізичних властивостей прозорої кераміки.

11.1. Методи визначення залишкової пористості оптичної кераміки. 11.2. Дослідження фізико-механічних властивостей кераміки (мікротвердість, в'язкість руйнування, тріщиностійкість). Ефект Хола-Петча. 11.3. Методи дослідження оптичних властивостей прозорої кераміки. Спектрально-люмінесцентні властивості полікристалічних матеріалів. 11.4 Резонатор, квантовий генератор, квантрон. Визначення лазерних характеристик кераміки.

3. Структура навчальної дисципліни

Розділи і теми	Кількість годин			
	усього	у тому числі		
		лекції	практика	сам. роб.
1	2	3	4	7
Розділ 1				
Вступ		4		10
Тема 1.		6	10	20
Тема 2.		6	6	20
Тема 3.		10	10	20
Разом за розділом 1	122	26	26	70
Розділ 2				
Тема 4.		5		20
Тема 5.		5		20
Разом за розділом 2	50	10		40
Залік				
Залік	6			6
Розділ 3				
Тема 6.		8		10
Тема 7.		6		20
Тема 8.		6		10
Тема 9.		10		20
Разом за розділом 3	90	30		60
Розділ 4				
Тема 10.		6	8	14
Тема 11.		8	6	20

Разом за розділом 4	62	14	14	34
Екзамен				
Екзамен	30			30
Усього годин	360	80	40	240

4. Теми практичних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1.1	Розрахунок компонентів для отримання порошків різних керамічних матеріалів.	3
1.2	Синтез нанопорошків гліцин-нітратним методом	3
1.3	Синтез нанопорошків методом високоенергетичного помелу	4
2.1	Компактування порошків методом холодного одновісного пресування	2
2.2	Виготовлення форм для шлікерного литва. Компактування порошків методом шлікерного литва.	4
3.1	Процес виготовлення керамічних матеріалів методом вакуумного спікання. Запуск вакуумної печі.	5
3.2	Процес виготовлення керамічних матеріалів методом вакуумного спікання. Ізотермічне спікання.	5
4.1	Мікроструктурний аналіз керамічного матеріалу методом оптичної мікроскопії	2
4.2	Мікроструктурний аналіз керамічного матеріалу методом електронної мікроскопії	2
4.3	Визначення середнього розміру зерен кераміки методом січних.	4
5.1	Визначення оптичного пропускання кераміки та лінійних оптичних втрат.	3
5.2	Визначення мікротвердості кераміки методом індентування.	3
	Разом	40

5. Завдання для самостійної роботи

№ з/п	Види, зміст самостійної роботи	Кількість годин
1	Вступ.	10
2	Тема 1. Методи отримання вихідних порошків	20
3	Тема 2. Методи компактування порошків	20
4	Тема 3. Технологія спікання кераміки	20
5	Тема 4. Кінетика твердофазних реакцій	20
6	Тема 5. Механізми твердофазних реакцій	20
7	Тема 6. Конструкційна кераміка	10
8	Тема 7. Наноструктурована кераміка	20
9	Тема 8. Фазові перетворення на границях зерен	10
10	Тема 9. Лазерна кераміка	20
11	Тема 10. Дослідження структури керамічних матеріалів	14
12	Тема 11. Дослідження фізичних властивостей керамічних матеріалів	20
13	Підготовка до заліку та екзамену	36
	Разом	240

6. Методи контролю

Засвоєння матеріалу по дисципліні забезпечується циклом лекцій, проведенням практичних занять, а також самостійною роботою.

7. Схема нарахування балів

Поточний контроль, самостійна робота, індивідуальні завдання										Екзамен	Сума		
Розділ 1			Розділ 2		Розділ 3				Розділ 4			Разом	
T1	T2	T3	T4-T5		T6	T7	T8	T9	T10	T11			
8	8	8	4		4	4	4	4	8	8	60	40	100

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка	
	для екзамену	для заліку
90 – 100	відмінно	зараховано
70-89	добре	
50-69	задовільно	
1-49	незадовільно	не зараховано

8. Література

1. M.N. Rahaman. Ceramic Processing and Sintering. Marcel Dekker Inc, New York, USA. – 2003. 896 p.
2. M.N. Rahaman. Sintering of Ceramics. CRC Press, Boca Raton, USA. – 2007. 392 p.
3. S.-J.L. Kang. Sintering, densification, grain growth and microstructure. Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford. – 2005. 279 pp.
4. T.A. Ring. Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis. Academic Press, San Diego. – 1996. 985 p.
5. S.B. Carter, M.G. Norton. Ceramic Materials Science and Engineering. Springer. – 2007. 716 p.
6. J.S. Reed. Principles of Ceramic Processing. Second Edition. Wiley-Interscience. – 1995. 658 p.
7. L.B. Kong, Y.Z. Huang, W.X. Que, T.S. Zhang, S. Li, J. Zhang, Z.L. Dong, D.Y. Tang. Transparent Ceramics. Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering. Ed. C.P. Bergman. Springer International Publishing Switzerland. – 2015. 742 p.
8. D.C. Harris. Materials for Infrared Windows and Domes: Properties and Performance. SPIE Optical Engineering Press. Washington, USA. – 1999. 429 p.
9. A. Ikesue, Y.L. Aung, V. Lupei. Ceramic Lasers. Cambridge University Press. Cambridge, UK. – 2013. 445 p.
10. A. Goldstein, A. Krell, Z. Burshtein. Transparent Ceramics: Materials, Properties, Applications. John Wiley and Sons, Inc. New Jersey, USA. – 2020. 373 p.
11. A. Ikesue (Ed.). Processing of Ceramics. Breakthroughs in Optical Materials. John Wiley and Sons, Inc. New Jersey, USA. – 2021. 427 p.
12. A.R. West. Solid State Chemistry and its Applications, John Wiley & Sons Ltd., 2014, 556 p.
13. L.A. Perez-Maqueda, J.M. Criado, P.E. Sanchez-Jimenez, Combined Kinetic Analysis of

Solid-State Reactions: A Powerful Tool for the Simultaneous Determination of Kinetic Parameters and the Kinetic Model without Previous Assumptions on the Reaction Mechanism, J. Phys. Chem. A 110 (2006) 12456-12462.

14. H. Schmalzried. Chemical Kinetics of Solids. Wiley-VCH, Weinheim. – 1995. 440 p.
15. M. Hillert. Phase Equilibria, Phase Diagram and Phase Transformations: Their Thermodynamic Basis. Cambridge University Press. – 2008. 526 p.
16. Ceramics Science and Technology, Edited by R. Riedel and I-Wei Chen, Wiley-VCH Verlag & Co., Weinheim, Germany, 2012. 539 p.
17. Joshua Pelleg. Diffusion in Ceramics. Springer International Publishing Switzerland. – 2016. 464 p.

9. Питання до іспиту/заліку

1. Історія створення оптичної кераміки, аналіз стану і перспективи виробництва оптичних елементів з прозорою керамікою.
2. Прозора кераміка на основі ізотропних та анізотропних матеріалів. Визначення рівней прозорості.
3. Фізико-хімічні основи отримання нанопорошків та нанопорошкових композицій для оксидної оптичної кераміки.
4. Метод хімічного співосадження для отримання нанопорошків (гомогенне, гетерогенне).
5. Хімічні методи отримання нанопорошків (гліцин-нітратний метод, піроліз у полум'ї).
6. Методи отримання вихідних нанопорошків (дезінтеграція).
7. Колоїдні методи формування нанопорошків.
8. Стадії/механізми компактування порошків.
9. Одновісне пресування.
10. Холодне ізостатичне пресування.
11. Технологічне обладнання для пресування нанопорошків.
12. Фізичні процеси, які відбуваються при спіканні.
13. Етапи спікання – початковий, проміжний та фінальний.
14. Основні методи спікання (твердотільне, рідкофазне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, реакційне спікання).
15. Еволюція мікроструктури при спіканні. Ріст зерен, нормальний та аномальний. Принципи керування мікроструктурою кераміки.
16. Траєкторія спікання кераміки. Способи інтенсифікації дифузійних процесів при спіканні.
17. Механізми спікання кераміки, домішки, що сприяють консолідації.
18. Вакуумне спікання, гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, іскрове спікання.
19. Типи колоїдного формоутворення (шлікерне литво, литво під тиском, литво стрічок).
20. Загальні принципи твердофазних реакцій та їх експериментальне здійснення.
21. Особливості кінетики реакцій з участю твердих фаз.
22. Методи вивчення кінетики твердофазних реакцій.
23. Енергія активації твердофазних реакцій.
24. Фізико-хімічні фактори, що визначають механізми твердофазних реакцій.

25. Механізм твердофазних перетворень без зміни складу. Перетворення першого та другого роду.
26. Термічні методи аналізу при проведенні твердофазних реакцій.
27. Вплив дефектів нестехіометрії на швидкість та механізм твердофазної взаємодії.
28. Методи дослідження механізму твердофазних реакцій.
29. Моделі твердофазних реакцій, що лімітуються процесами на границі розділу фаз.
30. ПЧ-прозорі керамічні матеріали ($MgAl_2O_4$, ALON, Y_2O_3 , Y_2O_3-MgO). Вікна прозорості, теплова емісія, стійкість до екстремальних умов експлуатації.
31. Кристалічна структура, фізичні властивості та особливості технології виготовлення ПЧ-прозорої кераміки $MgAl_2O_4$.
32. Процеси виготовлення оптичної кераміки Y_2O_3 .
33. Особливості технології виготовлення нанопорошків та композитної кераміки Y_2O_3-MgO .
34. Основні типи оксидної лазерної кераміки (RE_2O_3 , $Y_3Al_5O_{12}$).
35. Лазерна кераміка $Y_3Al_5O_{12}$.
36. Реакційне спікання кераміки $Y_3Al_5O_{12}$.
37. Оптично-прозора наноструктурована кераміка. Принципи формування та методи отримання.
38. Фізичні властивості оптичної нанокераміки.
39. Прозорі полікристалічні люмінофори.
40. Фактори, що впливають на оптичне пропускання прозорої кераміки.
41. Наноструктуровані матеріали.
42. Фазові переходи на границях зерен кераміки.
43. Дослідження структурно-фазового стану кераміки на нанорівні методами просвічуваючої мікроскопії.
44. Дослідження мікроструктури кераміки методами електронної мікроскопії.
45. Дослідження структури кераміки методом рентгенівської дифракції.
46. Методи визначення залишкової пористості оптичної кераміки.
47. Спектрально-люмінесцентні властивості полікристалічних матеріалів.
48. Методи дослідження оптичних властивостей прозорої кераміки.
49. Фізико-механічні властивості кераміки (мікротвердість, в'язкість руйнування, тріщиностійкість). Ефект Хола-Петча.
50. Фізико-механічні властивості нанокерамік.
51. Вплив домішок на механічні властивості наноструктурованих керамік.
52. Композитні лазерні елементи.
53. Перспективи застосування оптичної кераміки.